


PRODUCTION OF REFLECTING MIRROR

Patent Number: JP3126644
Publication date: 1991-05-29
Inventor(s): ITO HIROSHI; others: 01
Applicant(s):: ASAHI OPTICAL CO LTD
Requested Patent:  JP3126644
Application Number: JP19890267218 19891012
Priority Number(s):
IPC Classification: C03C17/36 ; G02B5/08
EC Classification:
Equivalents: JP1890317C, JP6013418B

Abstract

PURPOSE: To obtain a reflecting mirror preventing the occurrence of many small bright spots and having a fine reflecting surface by coating the surface of a glass substrate with an SiO₂ layer as an underlayer and the surface of the SiO₂ layer with an Al layer.

CONSTITUTION: The surface of a glass substrate is coated with an SiO₂ layer as an underlayer and the surface of the SiO₂ layer with an Al layer to obtain a reflecting mirror. when the surface of the substrate is coated with the SiO₂ layer, the geometrical thickness of the SiO₂ layer is regulated to 25-30nm at ordinary temp., the coating rate is gradually reduced in the last stage and coating is finished in 40-60sec. When the surface of the SiO₂ layer is coated with the Al layer, coating is properly carried out at ordinary temp. to 50 deg.C for 3-6min until total reflection is attained. The underlayer sticks satisfactorily to the glass substrate and the Al layer sticks satisfactorily to the clean SiO₂ layer.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-126644

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)5月29日

C 03 C 17/36
G 02 B 5/08

C 8017-4G
7542-2H

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全6頁)

⑭ 発明の名称 反射鏡の製造方法

⑯ 特 願 平1-267218

⑰ 出 願 平1(1989)10月12日

⑱ 発 明 者 伊 藤 拓 東京都板橋区前野町2丁目36番9号 旭光学工業株式会社
内

⑲ 発 明 者 佐々木 志郎 東京都板橋区前野町2丁目36番9号 旭光学工業株式会社
内

⑳ 出 願 人 旭光学工業株式会社 東京都板橋区前野町2丁目36番9号

㉑ 代 理 人 弁理士 三井 和彦

明 細 書

1. 発明の名称

反射鏡の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) ガラス基板の表面に、まず、下地層として二酸化ケイ素層をコーティングし、その表面にアルミニウム層をコーティングすることを特徴とする反射鏡の製造方法。

(2) 上記二酸化ケイ素層の幾何学的膜厚を常温で25ないし30nmとして、そのコーティングを行う際に、終盤で漸次コーティング速度を遅くして40ないし60秒間でコーティングを行い、その後のアルミニウム層のコーティングは、常温ないし50℃の温度で3ないし8分間で全反射をするまで行う請求項1記載の反射鏡の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は、ガラス基板の表面に、アルミニウムの全反射膜をコーティングする反射鏡の製造方

法に関する。

なお、以下の本明細書中において、二酸化ケイ素はSiO₂と元素記号で表現し、その他の物質も、特段の注記をせずに適宜元素記号で表現するものとする。

〔従来技術〕

従来、ガラス基板にアルミニウムの不透明膜をコーティングする際には、ガラス基板にアルミニウムのみを直接コーティングしていた。

〔発明が解決しようとする課題〕

従来ガラス基板の表面にアルミニウムをコーティングする前には、当然のことながら、ガラス基板の表面は十分に清浄している。しかし、それでもガラス基板表面とアルミニウム層との付着が完全に行われず、美しい反射面が得られないことが少なかった。

また、従来反射鏡には、多数の微細な光る点(以下「光点」という)ができることが少なくな

かった。光点には、顕微鏡で20倍程度の倍率で容易に観察できる大きさのものから非常に微細なものまで、さまざまな大きさのものがあ、光点が存在すると、きれいな反射面を得ることができない。

本発明は、従来のそのような欠点を解消し、ガラス基板に対するコーティング層の付着状態が良く、光点などのない美しい反射面を得ることができる反射鏡の製造方法を提供することを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

上記の目的を達成するため、本発明の反射鏡の製造方法は、ガラス基板の表面に、まず、下地層として酸化ケイ素層をコーティングし、その表面にアルミニウム層をコーティングすること特徴とする。

なお、上記酸化ケイ素層の幾何学的膜厚を常温で25ないし30nmとして、そのコーティングを行う際に、終盤で漸次コーティング速度を遅

くして40ないし60秒間でコーティングを行い、その後のアルミニウム層のコーティングは、常温ないし50℃の温度で3ないし6分間で全反射をするまで行うのがよい。

〔作用〕

下地層の SiO_2 はガラス基板の主成分と同じなので、下地層とガラス基板表面とは良好に付着する。そして、 SiO_2 をコーティングした後その表面にアルミニウム層をコーティングすることにより、アルミニウムは、清浄な SiO_2 層に良好に付着すると共に、適当なコーティング速度を選択することにより、光点の発生のない反射面を得ることができる。

〔実施例〕

光点の発生原因について、発明者は種々の分析を行い、室内環境に浮遊する有機物がガラス基板表面に付着し、その上にアルミニウムがコーティングされることによって光点が発生することをつ

3

きとめた。

第3図は、各コーティングを室温で行ったガラス/銀/銅/空気/の多層コーティング膜断面の正常部分の元素分析結果を示しており、各層が明瞭に分解して積層している。これに対して、異常部分、即ち光点の部分は、第4図に示されるように多層の明瞭な積層がなく、銀と銅とが混在している。さらに、ガラス基板面付近にまで炭素が検出されており、有機物の存在が明らかになった。

第5図及び第6図は、ガラス/ SiO_2 /Al/ MgF_2 / TiO_2 /Al $_2$ O $_3$ /空気からなるアルミニウム増反射鏡の正常部分と光点部分の元素分析結果を示しており、やはり、正常部分(第5図)では積層がみられ、光点部分(第6図)では各物質が混在している。なお、このコーティングは、ガラス基板から第3層の MgF_2 から後のコーティングは240℃の加熱コートであり、その部分では有機物が外界に放出される結果、ガラス基板面付近にはCが現れていない。

また、 SiO_2 は水と化学的に結び易いので、水が

4

存在する可能性もあるが、発明者が用いたオーグエ分析等では検出はできないので現れていない。

次に、第1図は本発明の反射鏡の製造方法の一実施例の工程を示しており、第2図はそれによって形成される反射鏡の断面を示している。

ここでは、まず最初にガラス基板1の処理を行う。即ち、軽いパニッシングによって有機物を浮かした後、ものによってはアルカリ処理をして、一般的な超音波洗浄を行う。そして、次の蒸着工程に移るまでの間、クリーンベンチで保管する。

次に、真空蒸着器内に、蒸着材料である SiO_2 、アルミニウムと被蒸着光学部品であるガラス部品とをセットし、その真空蒸着器内を1.5×10⁻⁴torr.程度迄排気する。真空度が到達したならば、下地層である SiO_2 を常温のままコーティングする。

SiO_2 被膜2は幾何学的膜厚で約27nmとなっていて、最初に3.5秒位で約20nm、その後、徐々にコートスピードを遅くしながら15秒間位で約7nmと、速度を変えてコーティングする。

次にアルミニウム2をコーティングする。 SiO_2 コーティング中に真空蒸着器内の温度が上昇するので、温度が下がるのを待って、50℃を越えない様にコーティングを行う。コーティングスピードは、アルミニウムが3～6分で全反射となるようにする。

次に、上記実施例の作用についてさらに詳しく説明する。

最初のガラス基板処理については、処理後直ちに SiO_2 をコーティングしたものには光点が現れず、処理後時間を置いてコーティングしたものには光点が現れることから、その後の保管状態の時に有機物の付着があることがわかる。

次に下地材料の選択についてであるが、下地材料 SiO_2 を用いて、ガラス/下地材料/アルミニウム/空気の順にコーティングした時の膜面は、他の下地材料としてCr, Ni, Ge, TiO_2 , Al_2O_3 を用いたものと比較して、最良であった。Ni, Al_2O_3 には曇りが発生している。 SiO_2 を選んだのは、他の下地材料に比べて融点が高い割に、基板温度が余り上

7

実験の結果では、No. 5が最も美しい反射面が得られた。No. 1も比較的美しい反射面が得られた。

No. 1とNo. 5とは、コーティング時間及び幾何学的膜厚ともほぼ同じである。しかし、No. 1は0.5nm/秒の一定速度でコーティングを行ったのに対し、No. 5は膜厚20nmまでは0.5nm/秒の一定速度でコーティングを行い、その後徐々にコーティング速度を遅くして27nmでコーティングを終了したものである。

なお、No. 5については、幾何学的膜厚が25nmから30nmの範囲において非常に美しい反射面が得られた。

さらにアルミニウムコーティング速度を次の3種類で検討した。評価は、ガラス/ SiO_2 /アルミニウム/空気による反射面を観察することにより行った。

その結果は次のとおりであった。

昇しないこともその理由である。

次に、 SiO_2 のコーティングスピード及び膜厚は、常温のもとで次の5種類のコーティングを行って検討した。

その結果は次のとおりであった。

| No. | コート時間 | 幾何学的膜厚 | 評価 |
|-----|--------|--------|----|
| 1 | 50秒 | 25nm | ○ |
| 2 | 25秒 | 90nm | × |
| 3 | 15分00秒 | 90nm | × |
| 4 | 1分40秒 | 36nm | × |
| 5 | 50秒 | 27nm | ◎ |

8

| 全反射になる迄の時間 | 光点 | 評価 |
|------------|----|----|
| 30秒 | 少々 | × |
| 3分00秒 | なし | ◎ |
| 6分00秒 | なし | ◎ |

このように、アルミニウムは、3ないし6分で全反射となる速度でコーティングすれば非常に美しい反射面が得られる。これは、金属膜ではコーティング速度が速いと凝集効果が小さく隙間のない連続膜となるので、有機物またはその他の異物が蒸発する経路を失い、アルミニウム膜をふくませるか或いは破壊することによって光点を発生させ、コーティング速度が遅いと凝集効果が大きく、大きなグリーンサイズの低密度膜となる傾向が強いので、残留している有機物その他の異物は蒸発或いは飛散してしまい、光点のない美しい膜

になるものと考えられる。

面方向成分の分析結果を示す線図である。

〔発明の効果〕

下地層としてガラス基板の主成分と同じ SiO_2 を用いたので、下地層がガラス基板表面と良好に付着し、さらにアルミニウムが、清浄な SiO_2 層に良好に付着するので、適当なコーティング速度を選択することにより、光点の発生のない美しい反射面を得ることができる。

本発明は特に、薄い下地層コーティングを必要とする常温コーティングに対して有効であり、アルミニウム反射面だけでなく全誘電体構成の膜にも適用することができる。

- 1 … ガラス基板、
- 2 … SiO_2 層、
- 3 … アルミニウム層。

代理人 弁理士 三井和彦

4. 図面の簡単な説明

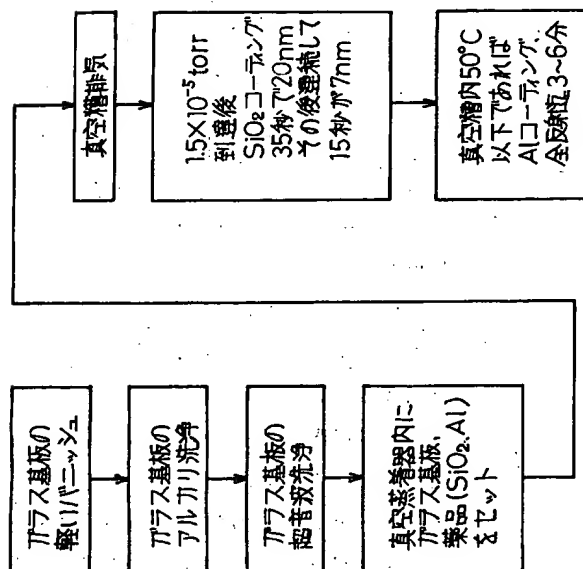
第1図は、本発明の製造方法の一実施例を示すフロー図、

第2図はその実施例により製造される反射鏡の断面図、

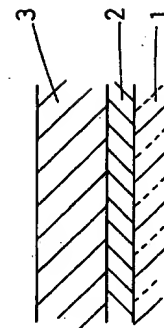
第3図ないし第6図は、実験による反射鏡の断

1 1

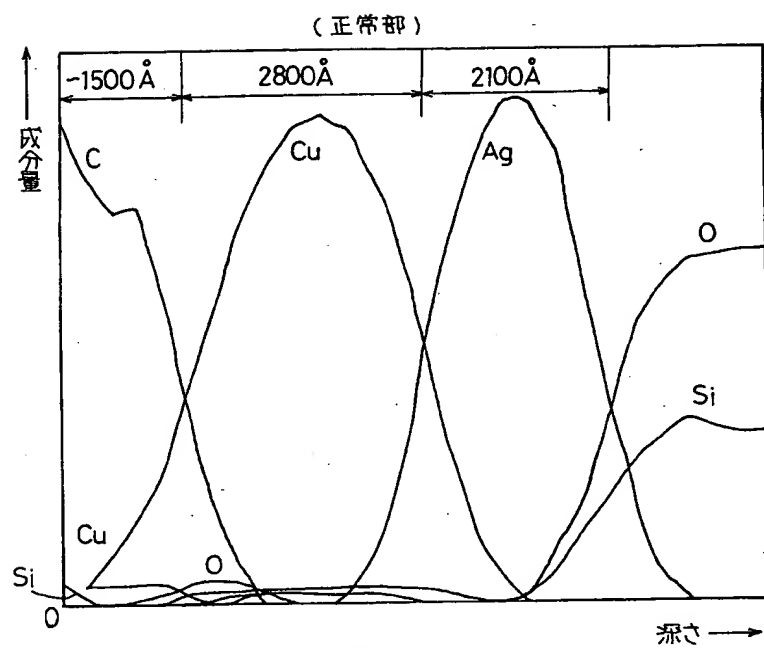
1 2



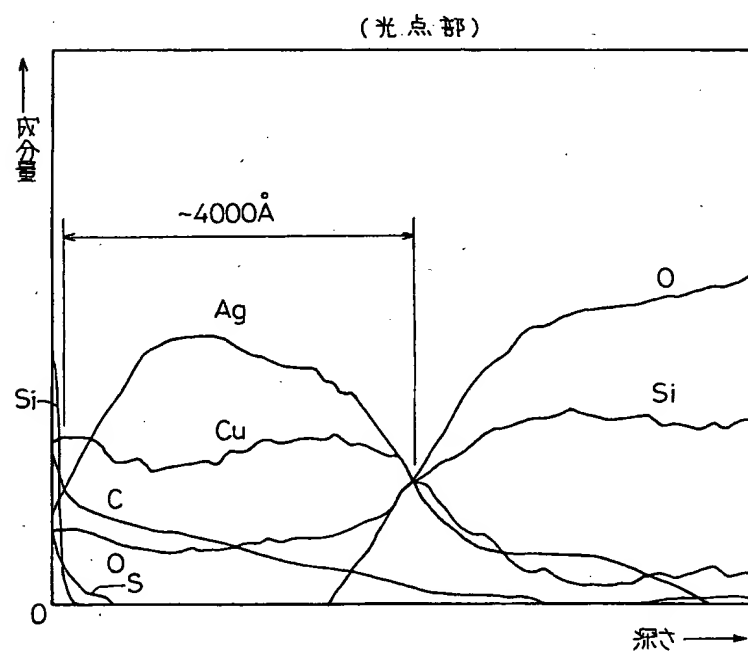
第1図



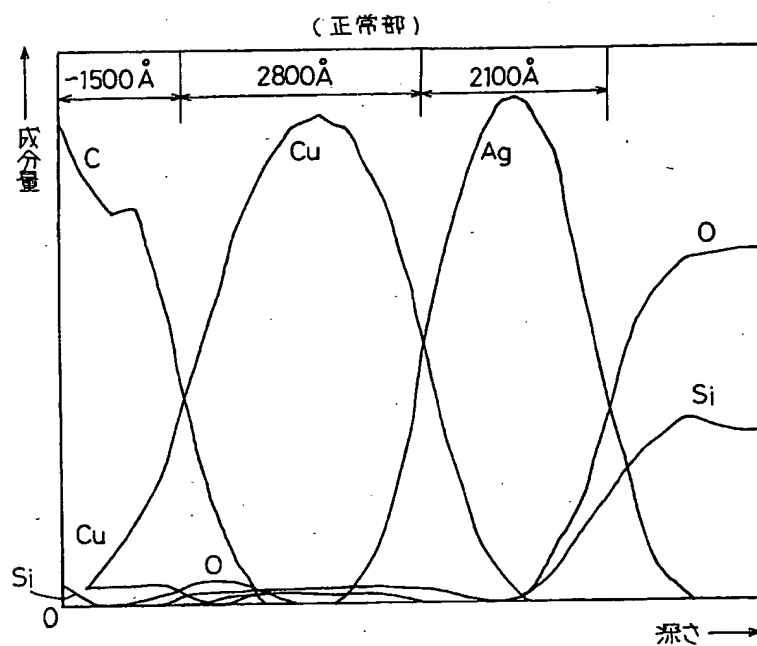
第2図



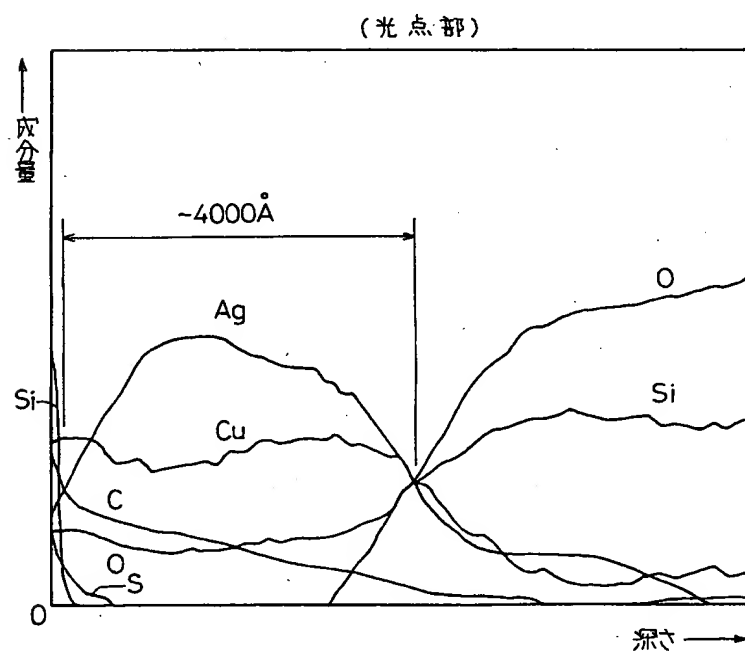
第 3 図



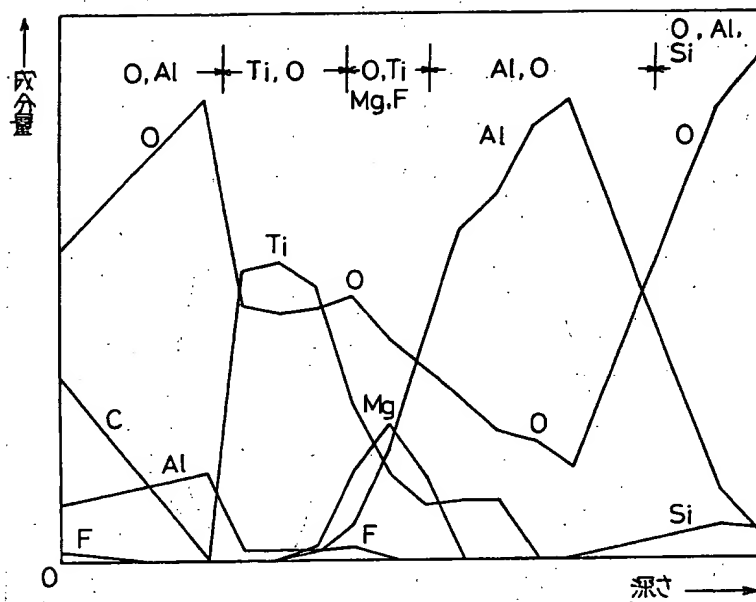
第 4 図



第 3 図

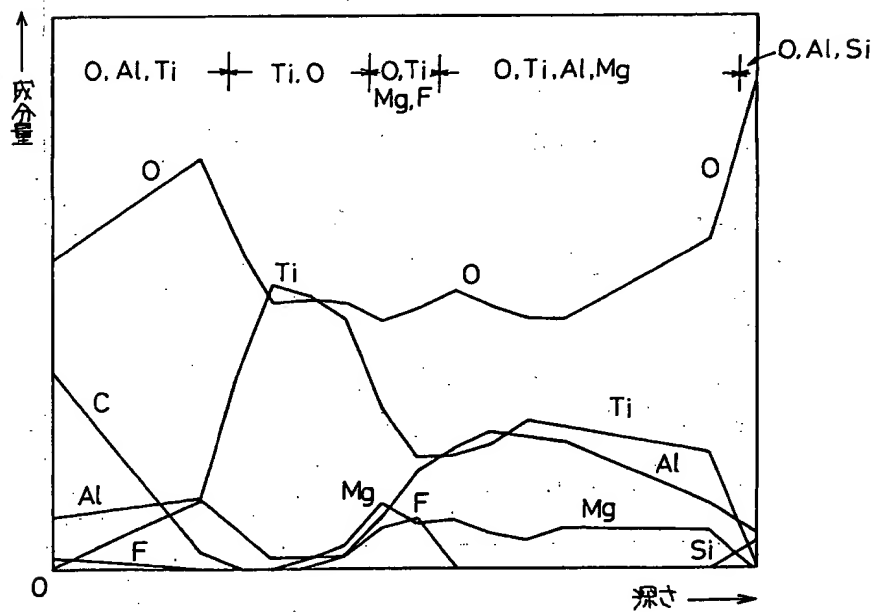


第 4 図



第5図

(光点部)



第6図